

PAT-NO: JP409157073A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 09157073 A
TITLE: REACTION CHAMBER MADE OF CARBON
PUBN-DATE: June 17, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME
MITANI, MASATO
KOBAYASHI, MINETAKA
YUBUNE, KAZUYUKI
TAKEUCHI, TAKAO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
DENKI KAGAKU KOGYO KK	N/A

APPL-NO: JP07314492

APPL-DATE: December 1, 1995

INT-CL (IPC): C04B041/87, B01J012/00 , B65D001/09 , C23C016/42

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a reaction chamber made of carbon which enables high temp. reaction between a silicon halide and hydrogen and does not cause corrosion or cracks during the reaction by applying a silicon carbide coating film on the inner or outer surface or on both of inner and outer surfaces of the chamber.

SOLUTION: The inner or outer surface or both of inner and outer surfaces of a reaction chamber made of carbon (e.g. graphite cylindrical chamber) are coated with a silicon carbide film of 1 to 500 μ m thickness, preferably by CVD (chemical vapor deposition) method. By this method, the obtd. reaction chamber is suitable as a reaction chamber to be used, for example, in the production of trichlorosilane by the reaction of tetrachlorosilane and hydrogen at high temp. In order to form a silicon carbide coating film by CVD method on the outer surface, inner surface or both of outer and inner surfaces of the chamber, such a method is preferable, for example, that uses a mixture gas of a silicon halide compd. such as tetrachlorosilane and trichlorosilane and methane, propane, etc. The obtd. silicon carbide film is dense and homogeneous without pinholes and has excellent chemical stability.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-157073

(43)公開日 平成9年(1997)6月17日

(51)Int.Cl. ^a	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 41/87			C 0 4 B 41/87	V
B 0 1 J 12/00			B 0 1 J 12/00	
B 6 5 D 1/09			C 2 3 C 16/42	
C 2 3 C 16/42			B 6 5 D 1/00	A

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全3頁)

(21)出願番号 特願平7-314492	(71)出願人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号
(22)出願日 平成7年(1995)12月1日	(72)発明者 三谷 真人 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内
	(72)発明者 小林 峰登 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内
	(72)発明者 湯舟 和之 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内
	最終頁に続く

(54)【発明の名称】 カーボン製反応容器

(57)【要約】

【課題】 カーボン製反応容器を得る。

【解決手段】 容器の内面、外面又は内外面に、炭化珪素被膜を施してなるカーボン製反応容器。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 容器の内面、外面又は内外面に、炭化珪素被膜を施してなることを特徴とするカーボン製反応容器。

【請求項2】 請求項1記載のカーボン製反応容器が、数個の略円筒状物を積み重ねて形成されたことを特徴とするカーボン製反応容器。

【請求項3】 請求項1記載の炭化珪素被膜が、CVD法により形成された厚さ10～500μmの炭化珪素被膜であることを特徴とするカーボン製反応容器。

【請求項4】 ハロゲン化珪素と水素を反応させるための反応容器であることを特徴とする請求項1記載のカーボン製反応容器。

【請求項5】 請求項1記載のカーボン製反応容器のカーボンが黒鉛であることを特徴とするカーボン製反応容器。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、容器内面、外面又は内外面が炭化珪素被膜により被覆されたカーボン製反応容器に関し、詳しくは、ハロゲン化珪素と水素との高温反応において、腐食や割れが発生しないカーボン製反応容器に関する。

【0002】

【従来の技術】ハロゲン化珪素等は、半導体や太陽電池等の素子に使用される高純度シリコンの原料として益々需要の増加が見込まれており、従来からこれらを効率良く製造することが要望されている。この製法の一部として、例えば、テトラクロルシランと水素によるトリクロルシラン、ジクロルシランの製造があり、この反応用容器として、カーボン製反応容器等が知られている。これらの容器は、長時間の使用で水素等に起因する腐食及び割れ等が発生する恐れがあり、特に、カーボン製反応容器は、水素や耐火材より由来する水などが存在すると腐食や割れを生じたり、又、内面のカーボンの均質性や純度に問題があり、この改良が望まれている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、かかる欠点を解決するものであり、クロルシラン類と水素との反応による製法等において、反応容器として、高温で効率的に反応させることのできるカーボン製反応容器を得ることを種々検討した結果、炭化珪素被膜を有するカーボン製反応容器を見いだし、本発明の目的であるカーボン製反応容器に到達した。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明の第1の発明は、容器の内面、外面又は内外面に、炭化珪素被膜を施してなることを特徴とするカーボン製反応容器である。本発明の第2の発明は、第1の発明のカーボン製反応容器が、数個の略円筒状物を積み重ねて形成された

ことを特徴とするカーボン製反応容器である。本発明の第3の発明は、第1の発明の炭化珪素被膜が、CVD法により形成された厚さ10～500μmの炭化珪素被膜であることを特徴とするカーボン製反応容器である。本発明の第4の発明は、ハロゲン化珪素と水素を反応させるための反応容器であることを特徴とする第1の発明のカーボン製反応容器である。本発明の第5の発明は、第1の発明のカーボン製反応容器のカーボンが黒鉛であることを特徴とするカーボン製反応容器である。

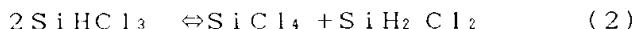
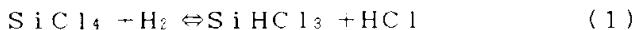
10 【0005】以下、本発明を更に詳細に説明する。まず、本発明は、容器の内面、外面又は内外面に、炭化珪素被膜を施してなるカーボン製反応容器である。カーボン製反応容器の形状については、特に制限はないが、一般的には、反応容器の強度保持及び炭化珪素被膜が剥離しないために、カーボンの厚さは0.5～20cmで、好ましくは1.5～15cmのものである。前記炭化珪素被膜に特に制限はないが、CVD法により形成された厚さ10～500μmの炭化珪素被膜が好ましい。又、カーボン製容器を形成するカーボンは、等方性材質構造を有するカーボン又は黒鉛が好ましく、特に、高純度処理を施した気密性の等方性材質構造を有する黒鉛が好ましい。

20 【0006】容器内面、外面及び内外面のカーボン材質に、CVD法で炭化珪素被膜を形成するためには、例えばテトラクロルシラン又はトリクロルシランのようなハロゲン化珪素化合物とメタンやプロパンなどの混合ガスを用いる方法、またはメチルトリクロロシラン、トリフェニルクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、トリメチルクロロシランのような炭化水素基を有するハロゲン化珪素化合物を、水素で熱分解しながら、加熱されたカーボン材質面に直接的に炭化珪素を被覆させる方法で行われる。形成された炭化珪素被膜は、緻密均質なピンホールのない被膜であり、化学安定性に優れ、この反応容器内でハロゲン化珪素と水素との高温反応を行っても、腐食及び割れが発生しないものである。CVD法により形成された炭化珪素被膜の厚さは、10～500μmであり、30～300μmが好ましい。10μm未満では、炭化珪素被膜の腐食、割れ防止効果が発揮されず、500μmを越えるとカーボン素材の割れ助長、膜のひび割れを起こし、経済的に高価となる。

30 【0007】本発明のハロゲン化珪素は、例えば、テトラクロルシラン、トリクロルシラン、ジクロルシラン、クロルシラン、メチルトリクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン等である。

【0008】本発明において、ハロゲン化珪素と水素とを存在させた高温反応とは、具体的には、例えば、下記(1)式で示される反応があり、又、トリクロルシランからモノシランを合成する場合の、次の(2)～(4)

の不均齊化反応等がある。本発明の反応容器は、特に * * (1) 及び (2) の反応に適するものである。



前述のごとく、本発明の反応容器中には、ハロゲン化珪素以外の原料、生成物及び触媒を含有してもよい。本発明における反応温度は、(1)においては、一般的に80°C以上、好ましくは、100°C以上であり、(2)～(4)においては、50°C以上である。また、製造を効率化するために、原料を連続的に供給し、生成物を連続的に取り出すことができる。

【0009】 本発明の反応容器は、反応容器中にハロゲン化珪素を存在させ、高温反応させることができる反応容器である。本発明の反応容器は、略円筒状カーボン製反応容器であり、形状には特に制限はない。この容器は一体型でもよいが、数個の略円筒状物を積み重ねて形成されたカーボン製反応容器が好ましい。又、カーボン製反応容器の上蓋部及び下底部を形成する部分も、内面、外面又は内外面に、炭化珪素被膜を施してなるものが好ましい。

【0010】

【実施例】 以下、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

実施例1

直径15cm、高さ10cm、厚さ3cmの等方性黒鉛からなる黒鉛製略円筒状物をCVD反応装置内に設置し、内部をアルゴンガスで置換したのち、前記黒鉛製円筒状物を1200°Cに加熱した。ついで、CVD反応装置内にトリクロルメチルシランと水素の混合ガス（モル比1:5）を導入し、CVD法により円筒状物の内外面に厚さ200μmの炭化珪素被膜を形成した。この操作を繰り返し、3個の円筒状物の内外面に炭化珪素被膜を形成した。次に、この3個の円筒状物を積み重ねて密閉反応容器を形成し、この密閉カーボン製反応容器に配管及び加熱装置をセットし反応装置として整えた。この反応

※応装置に、テトラクロルシリランと水素（モル=1:1）を供給し、常圧、反応温度1100°Cで反応を行い、生成物であるトリクロルシリランを得た。この操作を連続的に2000時間行い、終了後、反応容器の内外面を観察し、腐食及び割れの有無を調べたが、内外面に特に異常はなかった。

【0011】実施例2

実施例1において、反応温度を1500°Cとした以外は同様に行った。連続的に2000時間反応を行い、終了後、反応容器の内外面を観察し、腐食及び割れの有無を調べたが、内外面に特に異常はなかった。

【0012】実施例3

実施例1において、CVD法により容器内外面に厚さ50μmの炭化珪素被膜を形成した以外は、同様に行つた。連続的に2000時間反応を行い、終了後、反応容器の内外面を観察し、腐食及び割れの有無を調べたが、内外面に特に異常はなかった。

【0013】比較例1

実施例1において、CVD法により容器内面に炭化珪素被膜を形成しない以外は、同様に行つた。連続的に2000時間反応を行い、終了後、反応容器の内外面を観察し、腐食及び割れの有無を調べたが、内外面の腐食がひどく、割れもあった。

【0014】

【発明の効果】 以上、説明したとおり、本発明の略円筒状カーボン製反応容器の内面、外面又は内外面に、CVD法により形成された炭化珪素被膜を有するカーボン製反応容器は、ハロゲン化珪素の高温反応が可能で、腐食や割れの発生防止に効果的なカーボン製反応容器を提供する。

フロントページの続き

(72)発明者 竹内 孝夫

新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地
電気化学工業株式会社青海工場内